

PATENT  
DOCKET NO.: 1650-10

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

APPLICANT : Andrew S. Kim, et al.  
SERIAL NO. : not yet assigned  
FILED : simultaneously herewith  
FOR : METHOD OF PREPARING MICRO-STRUCTURED POWDER FOR  
BONDED MAGNETS HAVING HIGH COERCIVITY AND MAGNET  
POWDER PREPARED BY THE SAME

CLAIM OF PRIORITY


COMMISSIONER FOR PATENTS  
P. O. Box 1450  
Alexandria, Virginia 22313-1450

Dear Sir:

Applicant herewith claims the benefit of priority of his earlier-filed Korean patent application number 10-2003-0071765 under the International Convention in accordance with 35 U.S.C. 119. A certified copy of the aforesaid application is enclosed herewith, having the Application No. 10-2003-0071765, which bears the application date of October 15, 2003.

Respectfully submitted,

Date: 12/12/03

  
Daniel P. Burke  
Registration No. 30,735  
GALGANO & BURKE  
Attorneys for Applicant  
300 Rabro Drive, Suite 135  
Hauppauge, New York 11788  
Tele: 631-582-6161

Enclosure: Certified Copy of Korean Application

(Translation)

**KOREAN INTELLECTUAL  
PROPERTY OFFICE**

This is to certify that the following application annexed hereto is a true copy from the records of the Korean Intellectual Property Office.

**Application Number:** Patent Application No. 10-2003-0071765

**Date of Application:** October 15, 2003

**Applicant(s):** JAHWA ELECTRONICS CO., LTD.

October 22, 2003

**COMMISSIONER /S/**



별첨 사본은 아래 출원의 원본과 동일함을 증명함.

This is to certify that the following application annexed hereto is a true copy from the records of the Korean Intellectual Property Office.

출원 번호 : 10-2003-0071765  
Application Number

출원 년 월 일 : 2003년 10월 15일  
Date of Application OCT 15, 2003

출원인 : 자화전자 주식회사  
Applicant(s) JAHWA ELECTRONICS CO., LTD.



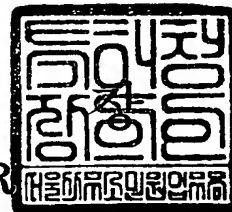
2003 년 10 월 22 일

특

허

청

COMMISSIONER



## 【서지사항】

【서류명】	특허출원서
【권리구분】	특허
【수신처】	특허청장
【제출일자】	2003.10.15
【국제특허분류】	H01F
【발명의 명칭】	본드자석용 마이크로 결정구조의 고보자력 자석분말 제조방법 및 이에 의해 제조된 자석분말
【발명의 영문명칭】	The making method of high coercive micro-structured powder for bonded magnets and The magnet powder thereof
【출원인】	
【명칭】	자화전자 주식회사
【출원인코드】	1-1998-003386-5
【대리인】	
【성명】	연규철
【대리인코드】	9-1998-000347-2
【포괄위임등록번호】	2002-032731-9
【대리인】	
【성명】	서정옥
【대리인코드】	9-1999-000422-9
【포괄위임등록번호】	2002-032732-6
【발명자】	
【성명의 국문표기】	김승호
【성명의 영문표기】	KIM, Andrew S.
【주소】	충청북도 청주시 흥덕구 복대동 삼일아파트 102동 301호
【국적】	US
【발명자】	
【성명의 국문표기】	남궁석
【성명의 영문표기】	NAM, KUNG-SEOK
【주민등록번호】	740505-1452424
【우편번호】	407-051
【주소】	인천광역시 계양구 계산1동 986번지 51호
【국적】	KR

## 【발명자】

【성명의 국문표기】

김동환

【성명의 영문표기】

KIM,DONG-HWAN

【주민등록번호】

660317-1403017

【우편번호】

361-201

【주소】

충청북도 청주시 흥덕구 분평동 주은프레지던트아파트 912동  
1301호

【국적】

KR

【심사청구】

청구

【취지】

특허법 제42조의 규정에 의한 출원, 특허법 제60조의 규정에 의  
한 출원심사 를 청구합니다. 대리인

연규철 (인) 대리인

서정옥 (인)

## 【수수료】

【기본출원료】

20 면 29,000 원

【가산출원료】

2 면 2,000 원

【우선권주장료】

0 건 0 원

【심사청구료】

6 항 301,000 원

【합계】

332,000 원

【첨부서류】

1. 요약서·명세서(도면)\_1통

## 【요약서】

## 【요약】

본 발명은 폐기되는 자석을 적은 비용으로 재활용할 수 있게 제조가 가능한 동시에 대량 생산을 용이하게 하고, 재활용에 의해 환경오염을 최소화시키는 동시에 상기의 제조에 의해 높은 보자력의 자기특성을 갖으면서 안정한 이방성 분말을 갖도록 하는데 그 특징이 있다.

이를 위한, 본 발명은 R-Fe-B계 이방성 소결자석이나 그 폐기물을 분쇄하여 평균입도 50~500 $\mu$ m 의 분말로 만든 후에 1~10 wt% 의 불화 희토류(RF<sub>3</sub>) 분말을 혼합하여 진공 또는 불활성 가스 중 고온(500~1100℃)에서 열반응을 촉진시켜 분말 표면과 입계가 변화되도록 이루고, 이렇게 제조된 분말은 R<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 의 결정구조를 가진 기지상과 불화 희토류가 함유된 R-rich 입계상과 기타상으로 구성이 되는데 이때 기지상의 평균입경은 1~20 $\mu$ m 이고, 분말 평균입도는 50~500 $\mu$ m 이며, 분말의 자기특성은 (BH)<sub>max</sub>  $\geq$  20 MGOe, iHc  $\geq$  5 kOe 으로 높은 에너지와 보자력을 갖게 되는 것이다.

## 【대표도】

도 5

## 【색인어】

R-Fe-B 소결자석, R-Fe-B 폐기자석, 이방성 수지자석, 자석분말, 보자력, 폐기물, 재활용

## 【명세서】

## 【발명의 명칭】

본드자석용 마이크로 결정구조의 고보자력 자석분말 제조방법 및 이에 의해 제조된 자석분말{The making method of high coercive micro-structured powder for bonded magnets and The magnet powder thereof}

## 【도면의 간단한 설명】

도 1은 Nd-Fe-B 소결자석에 대한 기계적으로 분쇄된(MC) 자석분말과 수소처리에 의해 분쇄된(HD) 자석분말을 나타낸 감자곡선,

도 2는 MC 자석분말과 HD 자석분말을 1000℃에서 2시간 열처리한 분말에 대한 감자곡선,

도 3은 열처리된 자석분말의 시효온도에 따른 보자력의 변화 그래프,

도 4는 표면 첨가제에 따른 보자력의 변화 막대 그래프,

도 5는 DyF<sub>3</sub>화합물을 혼합한 후 열처리한 분말에 대한 감자곡선,

도 6a 및 도 6b는 HD 분말 및 열처리를 실시한 후의 분말에 대한 절단면 SEM 사진,

도 7은 MC 분말과 DyF<sub>3</sub> 화합물을 혼합한 후에 열처리한 분말에 대한 절단면 SEM 사진,

도 8은 MC 분쇄분말과 DyF<sub>3</sub> 화합물을 혼합한 후에 열처리한 분말의 Nd-rich 상과 분말표면의 기지상에 대한 EDS 분석 그래프,

도 9는 DyF<sub>3</sub> 화합물을 혼합한 후에 열처리한 분말의 시효온도에 따른 보자력의 변화 그래프.

<도면의 주요 부분에 대한 부호의 설명>

MC : 기계적으로 분쇄

HD : 수소처리에 의해 분쇄

### 【발명의 상세한 설명】

### 【발명의 목적】

### 【발명이 속하는 기술분야 및 그 분야의 종래기술】

- <13> 본 발명은 본드자석용 마이크로 결정구조의 R-Fe-B계 고보자력 이방성 자석분말 제조방법 및 이에 의해 제조된 자석분말에 관한 것으로,
- <14> 좀 더 상세하게는 R-Fe-B계 이방성 소결자석이나 그 폐기물을 분쇄하여 평균입도 50~500 $\mu$ m 의 분말로 만든 후에 1~10 wt% 의 불화 희토류(RF<sub>3</sub>) 분말을 혼합하여 진공 또는 불활성 가스 중 고온(500~1100℃)에서 열반응을 촉진시켜 분말 표면과 입계가 변화되도록 함으로써, 폐기되는 자석을 적은 비용으로 재활용할 수 있게 제조가 가능하도록 하는 동시에 대량생산이 용이하도록 하고, 재활용에 의해 환경오염을 최소화시키도록 하며, 상기의 제조에 의해 높은 보자력의 자기특성을 갖으면서 안정한 이방성 분말을 갖도록 하고, 이로 인해 전체적인 폐자석의 재활용을 갖는 방법에 대한 효율성을 향상시켜 이를 적용하여 실시하는 제조상의 생산성 및 신뢰도를 극대화하도록 하는 본드자석용 마이크로 결정구조의 고보자력 자석분말 제조방법 및 이에 의해 제조된 자석분말에 관한 것이다.
- <15> 일반적으로, R-Fe-B(Nd-Fe-B)계 자석은 이미 개발되어 사용되고 있으며, 이는 높은 자기 특성에 의해 전기·전자 제품의 소형화를 가능하게 하였고, 뛰어난 성능을 가지고 있어 응용분야 또한 확대되고 있다.



- <16> 그리고, 상기 R-Fe-B계 자석용 분말에는 멜트 스피닝(melt spinning) 공정을 이용한 나노구조의 등방성 분말이 있고, HDDR(Hydrogen Disproportionation Desorption Recombination) 공정을 이용한 이방화 분말이 있다.
- <17> 상기의 응용분야로는 VCR, 레이저 프린터(Laser printer), 하드 디스크 드라이브(Hard disk drive), 로봇(Robot), 전기 전원 스티어링(Electric power steering), 자동차 연료 펌프(Automobile fuel pump), 세탁기, 냉장고, 에어컨 등과 같이 고출력의 모터가 활용되는 제품에 사용되고, 스피커, 부저, 센서, 자기기어에 응용되어 사용되며, 또한 소형화가 가능하고 에너지를 절약할 수 있는 장점이 있어 디지털 카메라, 캠코더, 사무기기 등에 응용되어 사용되고 있다.
- <18> 이와 같이, 상기의 전자 제품에 대한 산업적인 발달은 인간 생활을 더욱 편리하고 윤택하게 해주고 있으나, 반대로 이들의 폐기물 또한 늘어만 가면서 심각한 환경오염 문제로 대두되고 있는 실정이다.
- <19> 이에 따라, 상기 폐기물들을 수거하여 재활용하는 연구가 다방면으로 진행되고 있는 것 중에 Nd-Fe-B계 자석 폐기물의 재활용에 관한 연구는 그 폐기물로부터 희토류 원소를 추출하거나, 재용해 및 수지자석으로 전환하는 연구들이 수행되고 있다.
- <20> 그러나, 상기 Nd-Fe-B계 자석 폐기물에서 희토류원소를 추출하는데는 공정이 복잡하고 과도한 비용이 발생하는 문제가 있고, 재용해하는 방법은 자석의 높은 산소농도와 재활용 공정 중의 산화우려 때문에 공정이 복잡하고 회수율도 50%미만이어서 그 경제적 가치가 떨어지기 때문에 대부분 매립되고 있다.

<21> 따라서, 종래에 실시하고 있는 폐자석의 재활용 방법들은 어느 정도 효율성에 한계가 있어 이를 적용하여 실시하는 방법 및 제조상의 신뢰도가 저하되는 문제들이 항상 내포되어 있다.

<22> 또한, 현재 상용화 되고 있는 분말들 중에서 급속응고 공정인 멜트 스피닝 (melt spinning)으로 만든 등방성 분말은 수지자석을 만드는데 있어 적용이 쉬운 편이나, 등방성 분말로써 자기특성이 낮아 응용분야에 한계가 있고, 가격이 비싼 문제점이 있으며, 이방화되어 높은 특성을 갖는 HDDR 분말은 제조비용이 비싸고 대량생산이 어려운 문제가 있다.

**【발명이 이루고자 하는 기술적 과제】**

<23> 본 발명은 상기한 바와 같은 종래기술이 갖는 제반 문제점들을 해결하고자 창출된 것으로 다음과 같은 목적이 있다.

<24> 본 발명은 폐기되는 자석을 적은 비용으로 재활용할 수 있게 제조가 가능한 동시에 대량 생산을 용이하게 하고, 재활용에 의해 환경오염을 최소화시키는 동시에 상기의 제조에 의해 높은 보자력의 자기특성을 갖으면서 안정한 이방성 분말을 갖도록 하는데 그 목적이 있다.

<25> 본 발명의 다른 목적은 전체적인 폐자석의 재활용을 갖는 방법에 대한 효율성을 향상시켜 이를 적용하여 실시하는 제조상의 생산성 및 신뢰도를 극대화시키는데 있다.

<26> 이를 위한, 본 발명은 R-Fe-B계 이방성 소결자석이나 그 폐기물을 분쇄하여 평균입도 50 ~ 500 $\mu$ m 의 분말로 만든 후에 1~10 wt% 의 불화 희토류(RF<sub>3</sub>) 분말을 혼합하여 진공 또는 불활성 가스 중 고온(500~1100℃)에서 열반응을 촉진시켜 분말 표면과 입계가 변화되도록 이루고, 이렇게 제조된 분말은 R<sub>2</sub>Fe<sub>14</sub>B 의 결정구조를 가진 기지상과 불화 희토류가 함유된 R-rich 입계상과 기타상으로 구성이 되는데 이때 기지상의 평균입경은 1~20 $\mu$ m 이고, 분말 평균입도는

50~500 $\mu$ m 이며, 분말의 자기특성은  $(BH)_{max} \geq 20$  MGOe,  $iH_c \geq 5$  kOe 으로 높은 에너지와 보자력을 갖게 되는 것이다.

**【발명의 구성 및 작용】**

- <27> 이하, 상기한 본 발명의 목적을 달성하기 위한 실시예를 구체적으로 설명하면 다음과 같다.
- <28> 먼저, 본 발명을 설명함에 있어, 관련된 공지 기능 또는 구성에 대한 구체적인 설명이 본 발명의 요지를 불필요하게 흐릴 수 있다고 판단되는 것은 그 상세한 설명을 생략한다.
- <29> 그리고 후술되는 용어들은 본 발명에서의 기능을 고려하여 설정된 용어들로서 이는 생산자 및 제조자의 의도 또는 관례에 따라 달라질 수 있으므로 그 정의는 본 명세서 전반에 걸친 내용을 토대로 내려져야 할 것이다.
- <30> 즉, 본 발명은 R-Fe-B계의 이방성 영구자석 분말을 제조하는 방법에 있어서, (a) R-Fe-B계의 이방성 소결자석 또는 그 스크랩을 기계적인 수단으로 분쇄하거나 수소처리를 이용 분쇄하여 평균입자크기 50~500 $\mu$ m의 분말로 분급하는 단계와, (b) 상기에서 분쇄된 R-Fe-B계의 이방성 영구자석 분말을 0.1~50 $\mu$ m 크기의 불화 희토류(RF<sub>3</sub>) 분말과 1~10wt%의 혼합비로 혼합하는 단계와, (c) 상기에서 혼합된 분말을 진공 또는 불활성 가스 분위기 상에 500~1100℃ 사이에서 열처리를 실시하는 단계로 이루어진다.
- <31> 상기 (a) 단계에 의해 폐기물의 재활용 및 환경보존을 위하여, 폐기되는 R-Fe-B계의 이방성 소결자석의 스크랩을 분말로 분쇄하도록 실시하게 된다.

- <32> 또한, 폐기물의 재활용 및 환경보존을 위하여, 폐기되는 R-Fe-B계의 이방성 소결자석의 스크랩을 분말로 분쇄한 다음 상기 (b) 단계에 의해  $\text{NdF}_3$ ,  $\text{PrF}_3$ ,  $\text{DyF}_3$ ,  $\text{TbF}_3$ 과 같은 불화 희토류 화합물을 이용하여 혼합하도록 실시하게 된다.
- <33> 이에, 상기에서 분쇄되는 이방성 소결자석의 결정립(grain)은  $1\sim 20\mu\text{m}$  크기로서  $1\mu\text{m}$  이하의 나노구조도 아니고, 특성이 저하되어 문제되는  $20\mu\text{m}$  이상으로 과소결도 아닌 것이며, 그 성분은 일반적인 Nd-Fe-B계 소결자석과 같은 30~40 wt%의 R(R은 희토류 원소), 0.8~1.5 wt%의 B, 0~20 wt%의 Co 와 0.1~5.0 wt%의 Al, Ga, Cu, Sn, Nb, V, Zr 또는 F 중의 적어도 한 원소가 포함되어 있고, 잔부는 Fe로 이루어져 있으며, 또한 불가피하게 들어가는 불순물이 포함되어 있다.
- <34> 상기에서 분쇄된 후의 성분과 결정립의 크기는 상기의 소결자석과 동일한 것으로, 이에 대한 분말의 평균입도는  $50\sim 500\mu\text{m}$ 로 분급하여  $50\mu\text{m}$  이하의 입도에서 발생하는 특성의 저하를 피하게 되고, 입도가 너무 커서 수지자석용으로 부적합한  $500\mu\text{m}$  이상은 취하지 않는다.
- <35> 그리고, 상기의 혼합량은 10wt% 이하로 하여 그 이상이 첨가되어 발생하는 잔류자화값과 (BH)max 값의 저하를 피하도록 이루어진다.
- <36> 또한, 상기에서 혼합된 분말은 (c) 단계에 의해 열처리를 실시하게 되는데, 이 열처리에 의한 자기특성은  $500^\circ\text{C}$ 부터 증가하여  $800\sim 1000^\circ\text{C}$  정도에서 최고치에 달하며,  $1100^\circ\text{C}$ 의 소결온도 이상에서는 열화된 자기특성값을 나타내게 되고, 열처리된 분말은 불화(Fluoride)물이 혼합되게 되며, 특히 입자의 표면부위에 희토류 원소함량이 높아지게 된다.
- <37> 상기의 제조에 의해 R-Fe-B계 이방성 영구자석분말로 마이크로 결정구조를 갖는 복합재료 분말은 정방정결정구조인  $\text{R}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ 의 금속간 화합물로 구성되어 기지상으로 이루어져 있고,

입계상으로는 R-rich 상으로 R-Fe 공정상과 R-fluoride으로 구성되어 있으며, 각 입자의 표면은 희토류 원소함량이 높은 특징을 갖는다.

- <38>      상기의 R-Fe-B계 이방성 영구자석분말에 대한 평균 결정립(grain)의 크기는  $1\sim 20\mu\text{m}$ 로 이루어진다.
- <39>      이에 대해, 소결자석의 결정립은  $1\sim 20\mu\text{m}$ 의 크기를 갖게 되는 것으로, 이는  $1\mu\text{m}$ 이하 및  $20\mu\text{m}$ 이상의 결정립을 갖게 되면 소결자석은 특성이 낮아 지므로, 이러한 크기의 결정립을 갖는 소결자석을 분쇄하기 때문에 상기 분말의 평균 결정립의 크기는  $1\sim 20\mu\text{m}$ 가 되는 것이 바람직하다.
- <40>      또한, 상기의 R-Fe-B계 이방성 영구자석분말의 평균입도는  $50\sim 500\mu\text{m}$ 로 이루어진다.
- <41>      이에 대해, 상기 분말의 입도가  $500\mu\text{m}$  이상인 경우에는 수지자석 제조공정에 있어 부적합하고,  $50\mu\text{m}$  이하의 입도를 갖는 분쇄된 분말인 경우에는 낮은 특성으로 인하여 수지자석용 분말로 적합하지 못하게 된다.
- <42>      상기의 R-Fe-B계 이방성 영구자석분말은 에너지값 $\{(BH)_{\text{max}}\}$ 이  $20\text{MGOe}$  이상이고, 보자력값 $(iH_c)$ 이  $5\text{kOe}$  이상으로 자기특성을 갖도록 이루어진다.
- <43>      이에 대해, 상기 에너지값 $\{(BH)_{\text{max}}\}$ 이  $20\text{MGOe}$  이상으로 되어야 등방성 수지자석 보다 향상되는 것이고, HDDR분말을 이용한 수지자석에 가까운 특성을 갖으며, 이러한 특성을 갖기 위해서는 최소  $5\text{kOe}$  이상의 보자력값이 이루어져야 한다.
- <44>      상기와 같이, 폐기되는 소결자석을 분쇄하고 상기의 특성을 갖는 분말인 R-Fe-B계의 이방성 영구자석 분말로부터 이방성 수지자석을 제조할 수가 있는 것이다.

- <45> 결국, 상기에서 제조된 분말은  $R_2Fe_{14}B$ 의 결정구조를 가진 기지상과 불화 희토류가 함유된 R-rich 입계상과 기타상으로 구성이 되는데, 이때 기지상의 평균입경은  $1\sim 20\mu m$  이고, 분말 평균입도는  $50\sim 500\mu m$  이며, 분말의 자기특성은  $(BH)_{max} \geq 20MG0e$ ,  $iH_c \geq 5 k0e$ 으로 높은 에너지와 보자력을 가지게 되는 것이다.
- <46> 한편, 본 발명을 실시하고 있는 방법에 있어 다양하게 변형될 수 있고 여러 가지 형태를 취할 수 있다.
- <47> 하지만, 본 발명은 상기의 상세한 설명에서 언급되는 특별한 형태로 한정되는 것이 아닌 것으로 이해되어야 하며, 오히려 첨부된 청구범위에 의해 정의되는 본 발명의 정신과 범위 내에 있는 모든 변형물과 균등물 및 대체물을 포함하는 것으로 이해되어야 한다.
- <48> 먼저, Nd-Fe-B 소결자석은 높은 자기특성을 갖고 있으나, 첨부도면 도 1에 도시된 바와 같이 기계적으로 분쇄(MC)되거나, 수소처리에 의해 분쇄(HD)되었을 경우에는 그 특성이 급격히 떨어지게 된다.
- <49> 즉, 상기와 같이 단순히 분쇄된 분말은 수지자석용 분말로 사용하기가 불가능하기 때문에 분쇄분말의 보자력 회복을 위하여 열처리를 실시하게 된다.
- <50> 상기 열처리는 HD분말의 수소를 추출하고자 진공중에서 실시하였고, 이때 보자력값은  $1000^{\circ}C$ 에서 가장 높은 값을 나타내고 있으며, 첨부도면 도 2에 도시된 바와 같이 열처리된 분쇄분말들의 감자곡선을 나타낸 것으로서, 이 감자곡선은 HD분말의 보자력값이 MC분말보다 약간 높은 값을 보여주고 있으며, 상기의 값은 도 1에 나타낸 소결자석보다 매우 낮은 자기특성임을 알 수가 있다.

- <51> 그리고, 수지자석을 만들기 위해서는 성형을 실시한 후에 150~200℃에서 큐어링을 하게 되고, 상기와 같이 제조된 분말을 수지자석용 분말로 사용하기 위해서는 큐어링 온도대에서 특성의 저하가 발생되는지 확인해야 하며, 또한 수지자석용 분말로 사용하기 위해서는  $iH_c > 1/2 Br$ 의 조건을 만족해야 하는데, 첨부도면 도 3에 나타난 값으로 볼 때 상기 조건을 만족하지 못하므로, 열처리로 인한 보자력은 완전히 회복되지 못하여 수지자석용으로 부적합함을 알 수가 있다.
- <52> 이에 따른, 소결자석의 보자력에 가까운 회복을 위하여 첨가제를 사용하게 되는데, 이는 첨부도면 도 4에 나타난 바와 같이 여러 첨가제를 혼합하여 열처리한 분말의 보자력을 나타낸 것으로, 불화(Fluoride) 화합물( $DyF_3$ ,  $NdF_3$ ,  $PrF_3$ )이 혼합된 분말에서 첨가제를 넣지 않은 것보다 증가된 보자력을 나타내었고, 산화물과 염화(chloride) 화합물이 혼합된 경우에는 더 낮은 값을 나타내었다.
- <53> 상기 불화(Fluoride) 화합물 중에서  $NdF_3$ 가 첨가된 혼합물은 열처리 후  $Br$ 과  $(BH)_{max}$  값이 가장 증가하였고, 상기  $DyF_3$ 의 경우에는  $iH_c$ 값이 최대로 이루어진다.
- <54> 또한, MC분말과 HD분말을 비교할 때 첨가제를 넣지 않은 경우와는 달리  $DyF_3$  분말을 혼합함으로써 MC분말의 보자력이 가장 높게 나왔다.
- <55> 첨부도면 도 5는 5wt%의  $DyF_3$ 가 첨가된 MC분말과 HD분말의 열처리를 실시한 후의 감자곡선을 나타낸 것으로서, 이는 도 2의 첨가제가 혼합되지 않은 감자곡선과 비교해 볼 때 자기특성이 현저히 증가하였고, 도 1의 소결자석과 유사한 보자력을 나타내고 있음을 알 수가 있다.
- <56> 그리고, 첨부도면 도 6a 및 도 6b는 열처리에 의한 변화를 확인하기 위하여 열처리 전·후의 분말 단면을 전자현미경(SEM)을 통하여 관찰한 것으로, 도 6a에 나타난 첨가제가 혼합되

지 않은 분말에서 열처리를 하기 전에 비해 열처리를 실시한 후(도 6b 참조)에서는 많은 크랙들이 사라졌음을 확인할 수가 있다.

<57> 또한, 첨부도면 도 7에 나타낸 바와 같이, 이는  $DyF_3$ 를 첨가하여 열처리한 분말의 경우 분말단면의 가장자리 부분, 즉 분말의 표면이 부드러운 곡선으로 변화하면서 회복이 일어나고 있음을 알 수 있고, 이를 볼 때 분말 내·외부의 변화에 의해 보자력이 증가됨을 알 수가 있다.

<58> 이에 대해, 첨부도면 도 7에서는 R-rich의 입계(grain boundary) 상으로 흰색과 회색을 띠는 2가지 상을 볼 수 있는데, 그 중 회색의 Nd-rich 상과 열처리에 의해 부드러워진 표면부위에 대하여 EDS(Energy Dispersive X-ray Spectrometer)를 통한 성분분석을 하였다.

<59> 즉, 첨부도면 도 8a에 나타낸 바와 같이, 회색의 Nd-rich상은 Nd와 F의 피크(peak)가 가장 컸으며, 첨부도면 도 8b에 나타낸 바와 같이 표면부위에서는 Dy, Nd, Fe의 피크(peak)가 높게 나온 것으로, 이는  $DyF_3$ 첨가제가 열처리에 의해 Dy와 F로 분해되고, 상기 F는 입계(grain boundary)를 통하여 확산되어 Nd 불화물을 형성하고, 상기 Dy는 입자표면에 확산되어 표면부위의 Dy 함량을 증가시킨 것이다.

<60> 이와 같은 입자표면개질과 입계(grain boundary)의 변화도 역자구 핵생성을 억제하는 원인이 되어 보자력 회복에 기여하고 있음을 알 수가 있다.

<61> 첨부도면 도 9는  $DyF_3$ 를 첨가하여 열처리한 분말에 대한 열안정성을 실험하여 나타낸 결과로서, 이와 같이 에이징(aging) 온도에 따라 보자력이 다소 감소하였으나, 9~10kOe의 보자력을 유지하고 있으며, 이 정도의 보자력은 첨가제의 혼합 없이 열처리한 분말보다 훨씬 증가한 값으로  $iH_c > 1/2Br$  값을 만족하고 고특성 수지자석용 분말로 사용이 가능하다.



<62> 결론적으로, 본 발명에 의해서 R-Fe-B 소결자석의 스크랩을 이용하여 분쇄하고, 희토류계 불화(fluoride) 화합물의 혼합한 다음 열처리를 실시하게 함으로써, 높은 보자력의 수지자석용 분말을 제조할 수가 있으며, 이는 적은 비용으로 높은 보자력과 안정한 이방성 분말을 제조할 수 있음을 보여주는 것이고, 폐기되는 R-Fe-B 소결자석을 재활용하여 수지자석용 분말로 제조하게 하여 환경보전에 기여할 수 있는 것이다.

#### 【발명의 효과】

<63> 이상에서 살펴본 바와 같이, 본 발명은 폐기되는 자석을 적은 비용으로 재활용할 수 있게 자석분말의 제조가 가능한 효과와, 대량생산이 용이한 효과가 있고, 재활용에 의해 환경오염이 최소화되는 효과와, 제조에 의해 높은 보자력의 자기특성을 갖으면서 안정한 이방성 분말이 이루어지는 효과로 인해 전체적인 폐자석의 재활용을 갖는 방법에 대한 효율성이 향상되어 이를 적용하여 실시하는 제조상의 생산성 및 신뢰도가 극대화되는 등의 여러 효과를 동시에 거둘 수 있다.

## 【특허청구범위】

## 【청구항 1】

R-Fe-B계의 이방성 영구자석 분말을 제조하는 방법에 있어서,

(a) R-Fe-B 계의 이방성 소결자석 또는 그 스크랩을 기계적인 수단으로 분쇄하거나 수소 처리를 이용 분쇄하여 평균입자크기 50~500 $\mu\text{m}$ 의 분말로 분급하는 단계;

(b) 상기에서 분쇄된 R-Fe-B계의 이방성 영구자석 분말을 0.1~50 $\mu\text{m}$  크기의 불화 희토류( $\text{RF}_3$ ) 화합물 분말과 1~10wt%의 혼합비로 혼합하는 단계; 및

(c) 상기에서 혼합된 분말을 진공 또는 불활성 가스 분위기 상에 500~1100 $^{\circ}\text{C}$  사이에서 열처리를 실시하는 단계;

로 이루어지는 것을 특징으로 하는 본드자석용 마이크로 결정구조의 고보자력 자석분말 제조방법.

## 【청구항 2】

제1항에 있어서,

상기 (a) 단계에 의해 폐기물의 재활용 및 환경보존을 위하여, 폐기되는 R-Fe-B계의 이방성 소결자석의 스크랩을 분말로 분쇄하도록 실시하게 되는 것을 특징으로 하는 본드자석용 마이크로 결정구조의 고보자력 자석분말 제조방법.

## 【청구항 3】

제2항에 있어서,

폐기물의 재활용 및 환경보존을 위하여, 상기 폐기되는 R-Fe-B계의 이방성 소결자석의 스크랩을 분말로 분쇄한 다음 상기 (B)단계에 의해  $\text{NdF}_3$ ,  $\text{PrF}_3$ ,  $\text{DyF}_3$ ,  $\text{TbF}_3$ 과 같은 불화

(fluoride) 화합물을 이용하여 혼합하도록 실시하게 되는 것을 특징으로 하는 본드자석용 마이크로 결정구조의 고보자력 자석분말 제조방법.

#### 【청구항 4】

제조에 의해 R-Fe-B계 이방성 영구자석분말로 마이크로 결정구조를 갖는 복합재료 분말은 정방정결정구조인  $R_2Fe_{14}B$ 의 금속간 화합물로 구성되어 기지상으로 이루어져 있고, 입계상으로는 R-rich 상으로 R-Fe 공정상과 R-fluoride으로 구성되어 있으며, 각 입자의 표면은 희토류 원소함량이 높은 특징을 갖는 각 입자의 표면으로 이루어져 있고, 각 분말의 조성은 30~40wt%의 R(R은 희토류 원소), 30~80wt%의 Fe, 0.8~1.5wt%의 B, 0~20 wt%의 Co와 0.1~5.0 wt%의 Al, Ga, Cu, Sn, Nb, V, Zr 또는 F 중의 적어도 한 원소가 포함되어 있고, 불가피하게 들어가는 불순물로 구성되어 이루어지는 것을 특징으로 하는 본드자석용 마이크로 결정구조의 고보자력 자석분말.

#### 【청구항 5】

제4항에 있어서,

상기의 R-Fe-B계 이방성 영구자석분말의 평균입도는  $50\sim500\mu m$ 로 이루어지는 것을 특징으로 하는 본드자석용 마이크로 결정구조의 고보자력 자석분말.

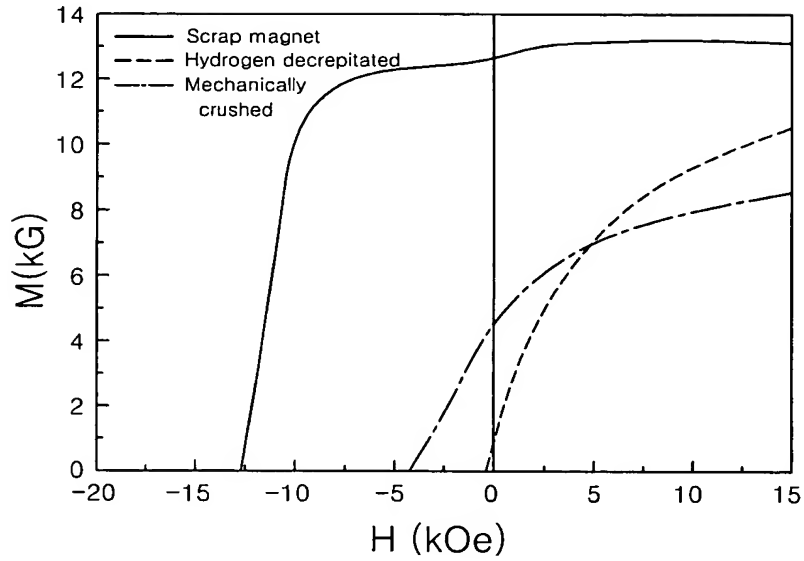
#### 【청구항 6】

제4항 및 제5항에

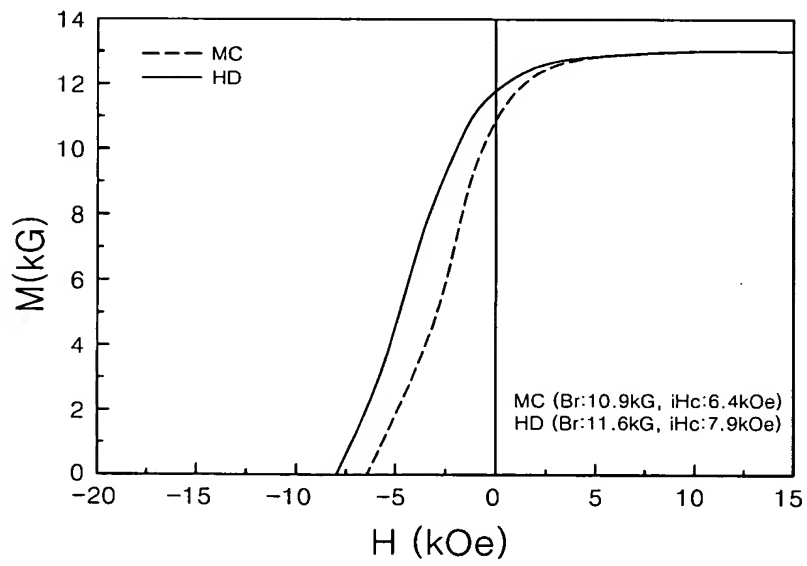
상기의 R-Fe-B계 이방성 영구자석분말은 에너지값 $\{(BH)_{max}\}$ 이 20MGOe 이상이고, 보자력 값 $(iH_c)$ 이 5kOe 이상으로 자기특성을 갖도록 이루어지는 것을 특징으로 하는 본드자석용 마이크로 결정구조의 고보자력 자석분말.

## 【도면】

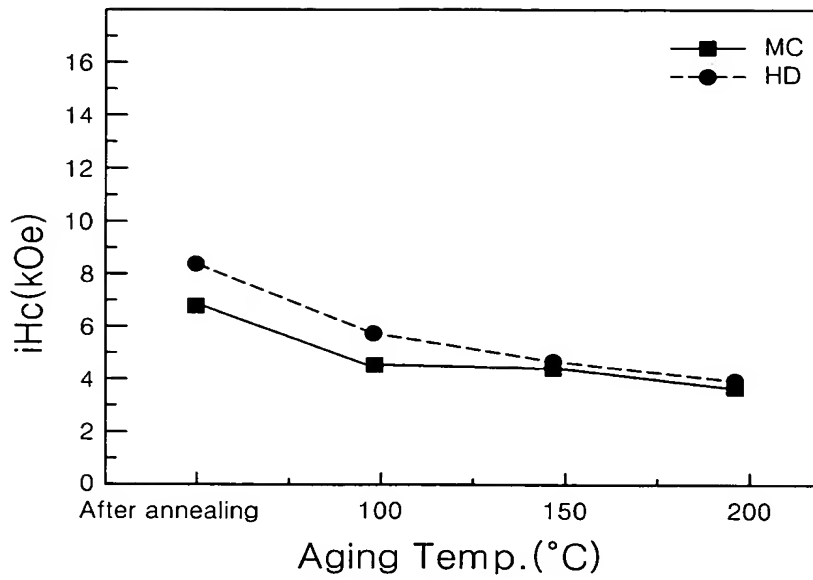
【도 1】



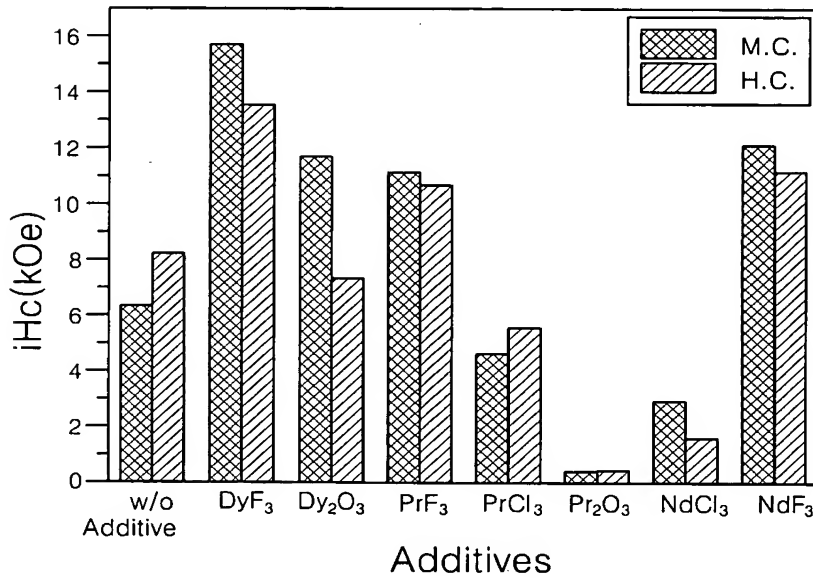
【도 2】



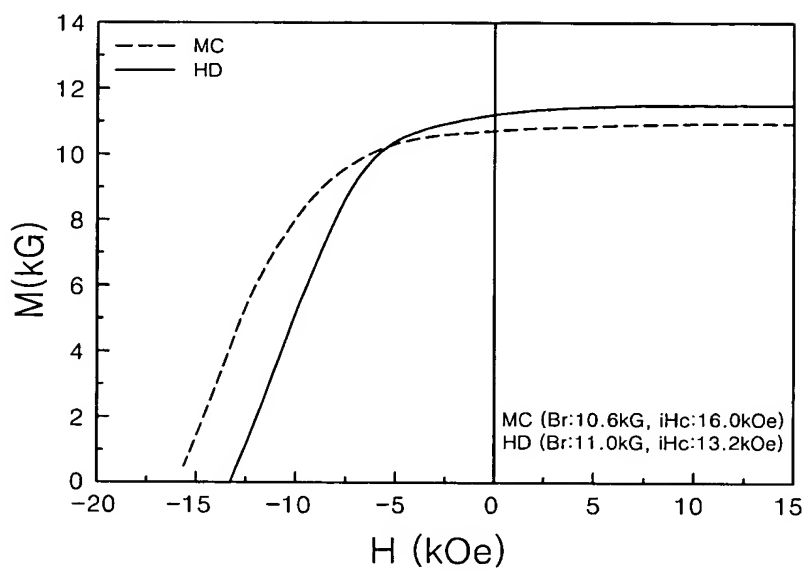
【도 3】



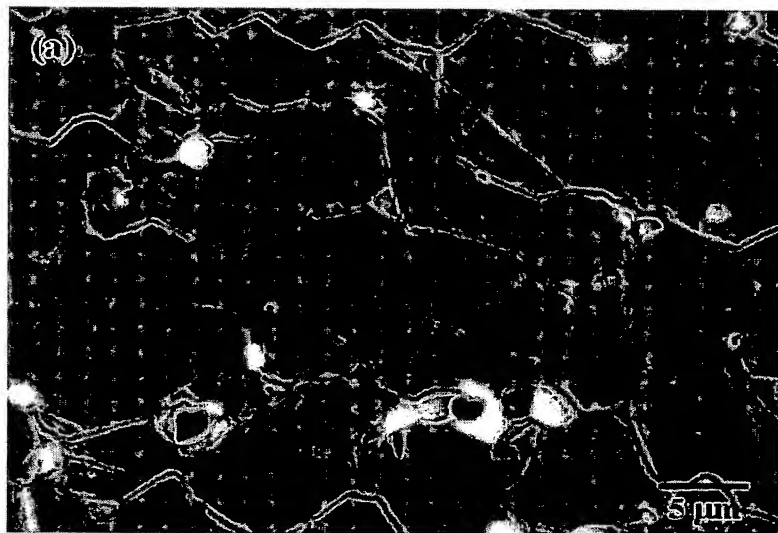
【도 4】



【도 5】



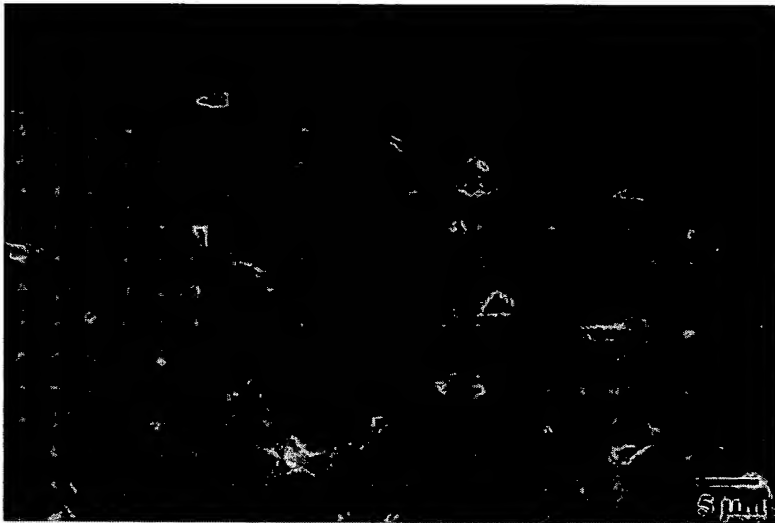
【도 6a】



【도 6b】

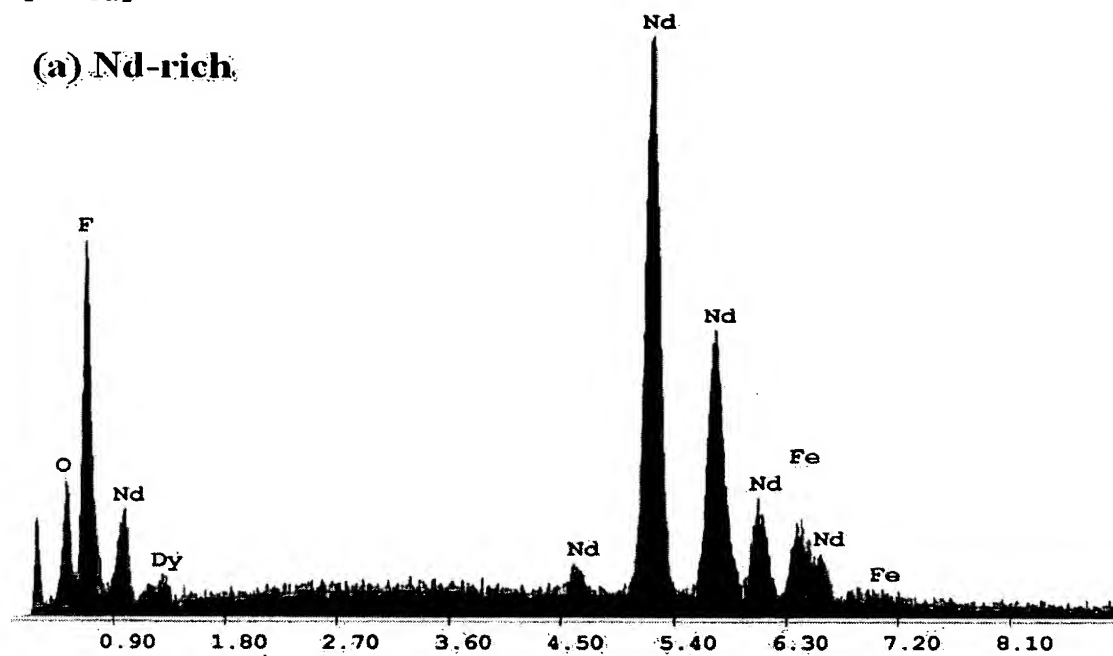


【도 7】



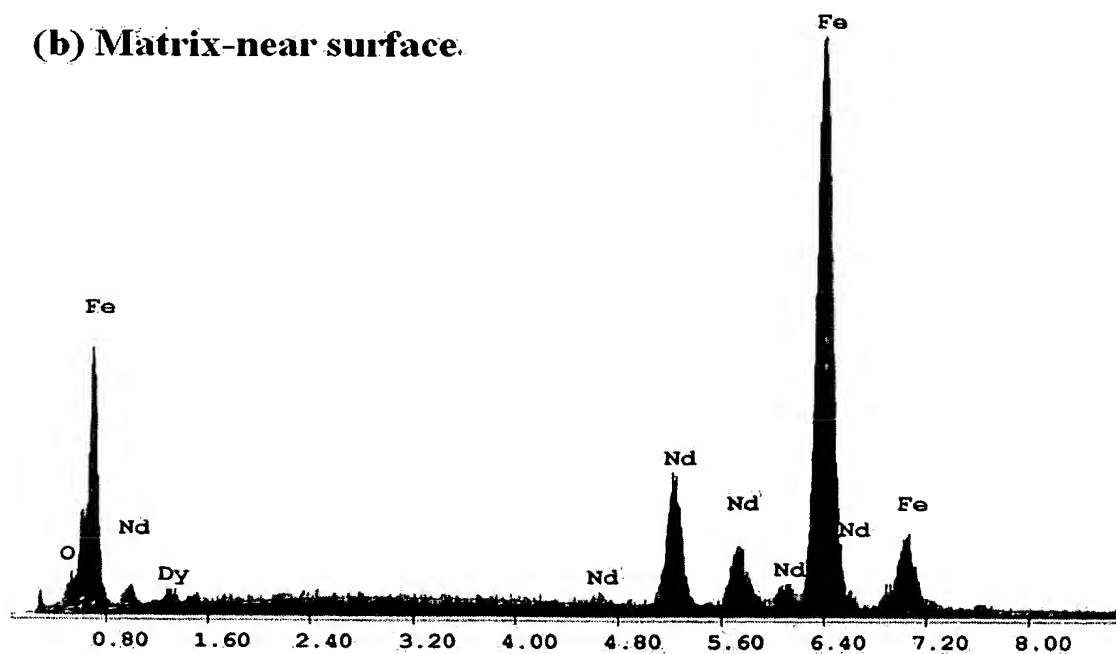
【도 8a】

(a) Nd-rich



【도 8b】

(b) Matrix-near surface.





【도 9】

